



TUGAS AKHIR - SF 141501

**KEKERASAN DARI LAPISAN $Ti_{1-x}Zr_x$ DAN TiC
PADA GRAFIT YANG DISIAPKAN DENGAN
METODE PIRAC**

NUR MUHAJIMIN
NRP 11 12 100 014

Dosen Pembimbing
Prof. Dr. Suasmoro, DEA

JURUSAN FISIKA
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016



FINAL PROJECT - SF 141501

HARDNESS OF $Ti_{1-x}Zr_x$ AND TiC COATING ON GRAPHITE PREPARED BY PIRAC METHOD

NUR MUHAIMIN
NRP 11 12 100 014

Advisor
Prof. Dr. Suasmoro, DEA

Department of Physics
Faculty of Mathematics and Natural Sciences
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2016

**KEKERASAN DARI LAPISAN $Ti_{1-x}Zr_x$ DAN TiC
PADA GRAFIT YANG DISIAPKAN DENGAN
METODE PIRAC**

TUGAS AKHIR

Diajukan Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat

Memperoleh Gelar Sarjana Sains

Pada

Jurusan Fisika

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

NUR MUHAJIMIN

NRP. 11 12 100 014

Disetujui oleh Pembimbing Tugas Akhir :

Prof. Dr. Suasmoro, DEA



SURABAYA, JUNI 2016

KEKERASAN DARI LAPISAN $Ti_{1-x}Zr_x$ DAN TiC PADA GRAFIT YANG DISIAPKAN DENGAN METODE PIRAC

Nama : Nur Muhaimin
NRP : 1112100014
Jurusan : Fisika, FMIPA ITS
Pembimbing : Prof. Suasmoro, DEA

Abstrak

Pelapisan grafit dengan serbuk titanium melalui metode *PIRAC* (*Powder Immersion Reaction Assisted Coating*) telah berhasil dilakukan dengan variasi temperatur 850⁰C, 900⁰C, dan 950⁰C selama 10 jam. Pelapisan grafit tanpa penambahan ZrO₂ menghasilkan lapisan TiC. Sedangkan pelapisan grafit dengan penambahan ZrO₂ menghasilkan lapisan paduan $Ti_{1-x}Zr_x$. Lapisan TiC yang dihasilkan dari penelitian ini memiliki kekerasan yang lebih besar dari lapisan paduan $Ti_{1-x}Zr_x$ yang terbentuk dalam penelitian ini. Masing-masing lapisan memiliki kekerasan lebih tinggi dari grafit yang dilapisi. Grafit yang digunakan memiliki kekerasan 45 HV. Lapisan TiC yang terbentuk memiliki kekerasan rata-rata sebesar 2504 HV. Lapisan paduan $Ti_{1-x}Zr_x$ yang terbentuk memiliki kekerasan rata-rata sebesar 282 HV.

Kata Kunci : Kekerasan, lapisan TiC, lapisan paduan $Ti_{1-x}Zr_x$ metode *PIRAC*, ZrO₂.

HARDNESS OF $Ti_{1-x}Zr_x$ AND TiC COATING ON GRAPHITE PREPARED BY PIRAC METHOD

Name : Nur Muhaimin
NRP : 1112100014
Major : Physics, FMIPA ITS
Advisor : Prof. Suasmoro, DEA

Abstract

Graphite coating with titanium powder by *PIRAC* (*Powder Immersion Reaction Assisted Coating*) method had been conducted with variation of temperatures at 850⁰C, 900⁰C, and 950⁰C in 10 hours. Graphite coating without any adduction of ZrO₂ produced TiC coating. Meanwhile graphite coating with adduction of ZrO₂ produced Ti_{1-x}Zr_x alloy coating. TiC coating which was resulted from this experiment had higher hardness than Ti_{1-x}Zr_x alloy coating which was resulted from this experiment. Each coating had higher hardness than graphite which was coated. This graphite had hardness value of 45 HV. TiC coating which was resulted had hardness value of 2504 HV. Meanwhile Ti_{1-x}Zr_x alloy coating which was resulted had hardness value of 282 HV.

Keywords: Hardness, TiC coating, Ti_{1-x}Zr_x alloy coating, *PIRAC* method, ZrO₂.

DAFTAR ISI

Halaman Judul	i
<i>Cover Page</i>	ii
Lembar Pengesahan	iii
Abstrak	iv
<i>Abstract</i>	v
Kata Pengantar	vi
Daftar Isi	viii
Daftar Gambar	x
Daftar Lampiran	xi

BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Permasalahan.....	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Manfaat Penelitian.....	2

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Material Refraktori	5
2.2 Metode PIRAC	6
2.3 Reaksi Difusi	7
2.4 Karakterisasi SEM	9
2.5 Karakterisasi XRD	11
2.6 Uji Kekerasan <i>Vickers</i>	12

BAB III METODOLOGI

3.1 Bahan dan Peralatan	15
3.1.1 Bahan	15
3.1.2 Peralatan	15
3.2 Prosedur Eksperimental.....	15
3.2.1 Pembuatan Sampel	15
3.2.2 Tahapan Eksperimental	16
3.3 Metode Karakterisasi.....	17
3.3.1 Difraksi Sinar-X	17

3.3.2 Analisis SEM.....	17
3.3.3 Analisis <i>Hardness Vickers</i>	18
 BAB IV ANALISA DATA DAN PEMBAHASAN	
4.1 Identifikasi fasa lapisan tanpa penambahan ZrO_2	21
4.2 Identifikasi fasa lapisan dengan penambahan ZrO_2	24
4.3 Analisis tingkat kekerasan lapisan	27
a. Substrat grafit.....	27
b. Lapisan TiC	27
c. Lapisan $\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x$	33
 BAB V KESIMPULAN	
5.1 Kesimpulan	35
5.2 Saran.....	35
 DAFTAR PUSTAKA	37
LAMPIRAN	39

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	TiC (<i>Titanium Carbide</i>)	5
Gambar 2.2	Skema dari lapisan non oksida keramik oleh reaksi serbuk metal, sampel keramik ditanamkan ke dalam serbuk metal.....	6
Gambar 2.3	Skema Model Pertumbuhan Lapisan pada permukaan grafit	7
Gambar 2.4	Daerah interaksi elektron dan atom sampel di bawah permukaan sampel	10
Gambar 2.5	Skema prinsip indentasi dengan metode <i>Vickers</i>	12
Gambar 2.6	Grafik hardness terhadap kedalaman indentasi relative beserta urutan kejadian proses indentasi	13
Gambar 3.1	Permukaan yang akan dikarakterisasi SEM	17
Gambar 3.2	Bagian yang akan dikarakterisasi <i>hardness Vickers</i>	18
Gambar 3.3	Ilustrasi indentasi (a) pada lapisan; (b) pada lapisan yang menembus ke substrat grafik.....	18
Gambar 3.4	Diagram alir tahap persiapan sampel	19
Gambar 3.5	Diagram alir tahap eksperimental	19
Gambar 4.1	Pola Difraksi Sinar-X dari hasil identifikasi fase untuk sampel A dengan variasi temperatur	21
Gambar 4.2	Hasil SEM Sampel A dengan temperatur 950°C	22
Gambar 4.3	Hasil SEM Sampel A dengan temperatur 900°C	23
Gambar 4.4	Hasil SEM Sampel A dengan temperatur 850°C	23
Gambar 4.5	Pola Difraksi Sinar-X dan hasil identifikasi fase untuk sampel B dengan Variasi Temperatur	25
Gambar 4.6	Hasil SEM-EDX sampel B dengan temperatur 950°C	25
Gambar 4.7	Pola difraksi sinar-X dan hasil identifikasi fase untuk sampel C dengan variasi temperatur	26
Gambar 4.8	Hasil SEM sampel C dengan (a) temperatur 850°C dan (b) 900°C.....	27
Gambar 4.9	Bekas indentasi hasil uji kekerasan <i>Vickers</i> pada sampel A dengan beban uji 0,5 kgf	30
Gambar 4.10	Grafik kekerasan lapisan TiC terhadap β	32

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Data COD (<i>Crystallography Open Database</i>) Sampel.....	39
Lampiran B	Hasil Analisis <i>Refinement</i> Rietveld dengan Rietica	43
Lampiran C	Data Hasil Pengujian Kekerasan	56

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Pada dekade ini grafit banyak diaplikasikan pada bidang industri. Aplikasi grafit misalnya untuk pembuatan roket dan reaktor nuklir. Pada pembuatan roket, grafit diaplikasikan pada temperatur tinggi. Pada kenyataannya grafit teroksidasi pada temperatur di atas 400⁰C dalam lingkungan mengandung oksigen atau klorin (Becker et al., 2010). Selain itu, grafit juga mudah tererosi (kekerasan grafit hanya 1-2 mho). Oleh karena itu dilakukan pelapisan untuk memperbaiki sifat grafit. Salah satu sifat yang perlu diperbaiki yaitu tingkat kekerasannya. Peningkatan kekerasan grafit dapat dilakukan dengan cara melapisi permukaan grafit dengan material refraktori. Salah satu material refraktori yang dapat dilapiskan yaitu dari golongan karbida, misalnya TiC (titanium carbide). TiC sebagai material pelapis telah digunakan dalam industri karena sifat ketahanan korosi yang bagus, tahan aus, dan kekerasan yang tinggi. TiC memiliki titik leleh > 3000⁰C dan kekerasan 9 mho (Pierson, 1996). Selain TiC, ZrO₂ juga memiliki tingkat kekerasan yang tinggi, sekitar 6,5-7,5 mho (Chiang et al., 1996). Diharapkan dengan penambahan ZrO₂ juga dapat meningkatkan tingkat kekerasan grafit.

Berdasarkan literatur diperoleh bahwa proses pelapisan TiC dapat dilakukan dengan metode CVD (Chemical Vapor Deposition), PVD (Physical Vapor Deposition) seperti sputtering, evaporasi, dan metode PIRAC (Powder Immersion Reaction Assisted Coating) (Yin et al., 2005). Kelemahan dari proses CVD dan PVD yaitu adhesi yang rendah antara substrat dan lapisan, yang sering menghasilkan delaminasi. Sedangkan metode PIRAC merupakan metode difusi yang dapat menghasilkan adhesi yang kuat antara lapisan dengan substrat.

Proses vakum untuk pelapisan pada temperatur tinggi merupakan proses yang kompleks, sehingga untuk mempermudah

proses pelapisan digunakan atmosfer gas. Berdasarkan penelitian sebelumnya dilaporkan bahwa proses pelapisan TiC dapat optimal dalam atmosfer gas argon. Yodium dilibatkan sebagai katalis karena dari penelitian sebelumnya penelitian tanpa penambahan yodium dalam serbuk titanium tidak dapat menghasilkan lapisan TiC.

Berdasarkan penjelasan di atas, penelitian ini dilakukan dengan metode PIRAC dalam waktu tahan 10 jam, variasi temperatur, dan variasi perlakuan pelapisan permukaan grafit sebelum direaksikan dalam proses perlakuan panas. Selanjutnya dapat dianalisis pengaruh beberapa variasi ini terhadap tingkat kekerasan lapisan.

1.2 Rumusan Permasalahan

Permasalahan pada penelitian ini, yaitu:

1. Bagaimana peranan ZrO_2 dalam proses pelapisan grafit dengan serbuk titanium melalui metode PIRAC?
2. Bagaimana tingkat kekerasan lapisan yang dihasilkan dari proses pelapisan grafit dengan serbuk titanium melalui metode PIRAC?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan penelitian ini, yaitu:

1. Mengetahui peranan ZrO_2 dalam proses pelapisan grafit dengan serbuk titanium melalui metode PIRAC
2. Mengetahui tingkat kekerasan lapisan yang dihasilkan dari proses pelapisan grafit dengan serbuk titanium melalui metode PIRAC

1.4 Manfaat Penelitian

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang proses pelapisan dan tingkat kekerasan lapisan pada permukaan grafit setelah dilakukan pelapisan dengan material karbida yang dapat diaplikasikan dalam lingkungan suhu tinggi dan memiliki tingkat kekerasan yang tinggi. Selain itu,

penelitian ini juga memberikan informasi variable pelapisan permukaan grafit dengan metode PIRAC.

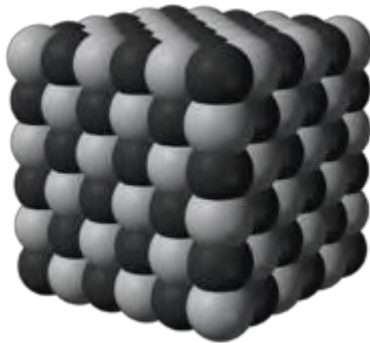
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Material Refraktori

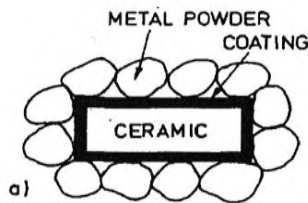
Material refraktori (bahan tahan panas) merupakan material yang memiliki titik lebur tinggi, sekitar $> 1800^{\circ}\text{C}$ dan memiliki derajat stabilitas kimia tinggi. Salah satu material refraktori yaitu karbida. Material karbida merupakan bahan yang keras dan tahan lama, memiliki titik leleh yang tinggi, dan kestabilan kimia yang bagus. Pada interstitial karbida, perbedaan elektronegativitas antara dua elemennya besar. Atom karbon memiliki ukuran yang lebih kecil daripada atom lainnya, sehingga memungkinkan untuk menempati celah pada kisi. Ikatannya yaitu ionic dan kovalen, namun lebih sering ikatan logam. Seperti logam alloy, komposisi interstitial karbida sering tidak tentu dan konduktivitas listrik serta konduktivitas panasnya tinggi, titik leleh yang tinggi, kekerasan yang tinggi, dan kestabilan kimia yang bagus. Dengan mempertimbangkan ketersediaan material dan proses sintesanya maka material yang paling cocok yaitu TiC. TiC memiliki struktur rocksalt (FCC) dimana C menempati situs interstitial oktahedral diantara atom Ti (Lauridsen, 2011).



Gambar 2.1 TiC (Titanium Carbide)

2.2 Metode PIRAC

Proses PIRAC (*Powder Immersion Reaction Assisted Coating*) dilakukan pada rentang suhu 800-1000⁰C selama minimal 30 menit dalam tekanan atmosfer rendah (tidak lebih dari 10⁻⁵ Pa). Metode PIRAC memiliki keunggulan karena proses pelapisan melalui reaksi kimia tepatnya proses difusi sehingga menghasilkan adhesi yang kuat antara substrat dan lapisan sehingga lapisan tidak mudah terlepas dari substrat. Selain itu, metode ini merupakan metode difusi dengan biaya yang relative rendah (Yin, 2005). Untuk memperoleh lapisan TiC yang baik, selama proses harus dihindari adanya oksigen. Oksigen akan bereaksi dengan grafit membentuk CO atau CO₂. Oksigen juga mudah bereaksi dengan titanium membentuk TiO₂(Pierson, 1996).



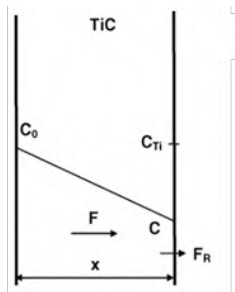
Gambar 2.2 Skema dari lapisan non oksida keramik oleh reaksi serbuk metal, sampel keramik dibenamkan ke dalam serbuk metal (Gutmanas et al., 1992).

Metode PIRAC pernah dilakukan oleh Yin *et al* 2005 dengan proses substrat grafit dibenamkan ke dalam campuran titanium dan yodium dalam wadah tertutup *stainless steel high-chromium*. Pada proses ini, tekanan yang digunakan sangat rendah tidak melebihi 10⁻⁵ Pa (10⁻⁷ Torr) dan dilakukan pada temperatur 800–1000⁰C dalam furnace. Kristal yodium ditambahkan ke dalam serbuk titanium dengan tujuan untuk mempercepat pemindahan atom titanium ke dalam substrat grafit sehingga terbentuk lapisan titanium karbida. Hal ini dikarenakan adanya yodium, atom

titanium mencapai permukaan lapisan dalam bentuk gas titanium-yodium sebagai transport reaksi. Sebelum dibenamkan dalam campuran serbuk titanium-yodium, grafit terlebih dahulu lapisi Y_2O_3 sebagai penanda reaksi. Dan berdasarkan eksperimen, penanda Y_2O_3 berada pada permukaan grafit di bawah permukaan lapisan. Hal ini menunjukkan bahwa pertumbuhan lapisan PIRAC ditentukan oleh difusi karbon (Yin et al., 2005).

2.3 Reaksi Difusi

Difusi merupakan fenomena transport material oleh pergerakan atomik. Dalam hal TiC, difusi atom karbon dalam permukaan lapisan, F , berdasar hukum pertama Fick digambarkan dalam skema berikut ini.



Gambar 2.3 Skema Model Pertumbuhan Lapisan pada permukaan grafit (Yin et al., 2005)

Persamaan difusi menurut hukum pertama Fick dapat dituliskan,

$$F = -D \frac{dC}{dx} \approx D \frac{C_0 - C}{x} \dots\dots\dots 2.1$$

Dengan x adalah ketebalan lapisan titanium karbida, D merupakan koefisien difusi dari karbon dalam lapisan, C_0

merupakan konsentrasi karbon pada substrat dan C merupakan konsentrasi karbon pada permukaan lapisan.

Reaksi antara karbon dan titanium dalam pembentukan titanium karbida terjadi pada permukaan lapisan. Laju reaksi bergantung pada konsentrasi karbon dan titanium pada permukaan dinyatakan:

$$F_R = k_R C C_{Ti} \dots\dots\dots 2.2$$

Dengan k_R merupakan konstanta reaksi permukaan, C dan C_{Ti} berturut-turut merupakan konsentrasi dari karbon dan titanium pada lapisan permukaan. Diasumsikan transport dari atom titanium terjadi melalui fase gas dimana adsorpsi dan difusi permukaannya terjadi sangat cepat dan prosesnya tidak ikut terkontrol sehingga $C_{Ti} \cong C_{Ti}^0 = \text{konstan}$. Tentu saja, hal ini terjadi karena adanya penambahan yodium dalam campuran titanium-yodium. Sehingga diperoleh difusi dari atom karbon dalam reaksi:

$$F = F_R \dots\dots\dots 2.3$$

Kemudian substitusi persamaan 2.1 dan 2.2 kedalam persamaan 2.3 didapat:

$$C = \frac{C_0}{1 + \frac{k_R C_{Ti} x}{D}} \dots\dots\dots 2.4$$

Dengan catatan, konsentrasi karbon dalam lapisan menurun seiring naiknya ketebalan lapisan. Laju perubahan terhadap waktu dari ketebalan lapisan titanium karbida ini dapat diturunkan:

$$\frac{dx}{dt} = \frac{F}{N} = \frac{k_R C_0 C_{Ti}^0}{N(1 + \frac{x k_R C_{Ti}^0}{D})} \dots\dots\dots 2.5$$

Dimana N merupakan banyaknya atom karbon yang diperlukan dalam satu unit volume TiC . Dengan mengintegrasikan persamaan di atas, didapat fungsi ketebalan lapisan terhadap waktu dinyatakan:

$$\frac{x^2}{B} + \frac{x}{A} = t + n \dots\dots\dots 2.6$$

Dimana n merupakan konstanta, B merupakan konstanta laju parabolik dan A merupakan konstanta laju linear yang berturut-turut dapat dituliskan:

$$B = \frac{2DC_0}{N} ; A = \frac{k_R C_0 C_{Ti}^0}{N} \dots\dots\dots 2.7$$

Persamaan 2.8 mengindikasikan bahwa ketebalan lapisan sebagai fungsi waktu mengikuti prinsip linear-parabolik. Sehingga solusi ketebalan lapisan dalam persamaan 2.8 dapat dinyatakan:

$$x = \frac{B}{2A(1+(t+n)/(B/4A^2))^{1/2}-1} \dots\dots\dots 2.8$$

Untuk proses perlakuan yang sangat singkat ($t + n \ll B/4A^2$), hasil x menurut persamaan 2.10 sangat kecil. Sedangkan, untuk proses perlakuan panas yang sangat lama ($t \gg n$ dan $t \gg B/4A^2$), pertumbuhan lapisan mendekati fungsi parabolik yang dapat dinyatakan:

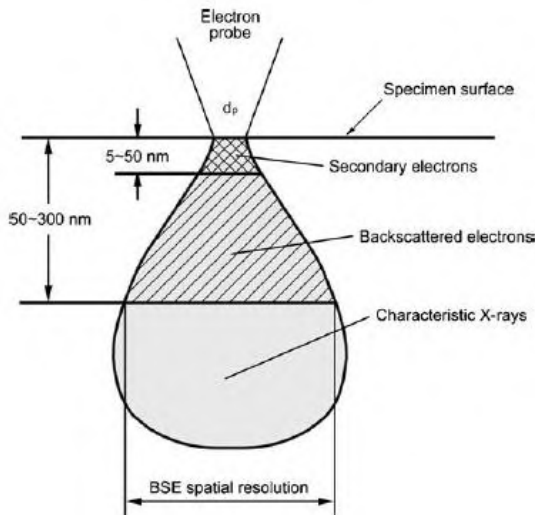
$$x \approx (Bt)^{1/2} \dots\dots\dots 2.9$$

dengan B merupakan konstanta laju difusi (Yin et al., 2005).

2.4 Karakterisasi SEM

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) merupakan salah satu tipe mikroskop electron yang melakukan uji struktur mikro dengan cara memindai permukaan material. Sebuah gambar hasil

SEM dibentuk dari berkas electron yang terfokuskan yang memindai area permukaan sampel. Fitur yang paling penting dari SEM yaitu penampilan tiga dimensi yang dari gambar yang dihasilkan karena kedalaman bidangnya. Sebuah SEM terdiri dari serangkaian lensa elektromagnetik dan lubang serta pistol elektron. Berkas electron dihasilkan dari pistol elektroon ini yang kemudian dikondensasi ke probe untuk pemindaian permukaan. Untuk probe berukuran 10 nm, system SEM dapat menghasilkan perbesaran hingga 20.000 kali (Yang, 2008).



Gambar 2.4 Daerah interaksi elektron dan atom sampel di bawah permukaan sampel(Leng, 2009)

Ketika elektron-elektron berenergi tinggi menumbuk sebuah sampel, maka dihasilkan hamburan elastis dan hamburan inelastic. Hamburan elastis menghasilkan backscattered electrons (BSEs), yaitu electron insiden dihamburkan oleh atom-atom dalam sampel. Hamburan inelastic menghasilkan secondary electrons (SEs), yaitu electron dikeluarkan dari atom-atom dalam sampel. BSEs didefleksikan dari sampel dengan sudut yang besar dan energy yang hilang kecil. Sebaliknya, SEs didefleksikan pada

sudut yang kecil dan berenergi rendah dibanding BSEs(Yang, 2008).

Selama penghamburan inelastic, sebuah electron insiden mentransfer energy kinetic pada sebuah electron di dalam atom sampel. Electron-elektron dalam atom-atom sampel dengan energy yang cukup akan meninggalkan orbitalnya untuk menjadi SEs. Energy SEs biasanya berada dalam rentang 3-5 eV. SEs merupakan sinyal utama untuk membentuk topografi dan BSEs berguna untuk mengetahui komposisi unsur(Leng, 2009)

2.5 Karakterisasi XRD

XRD (*X-Ray Diffraction*) merupakan metode untuk menentukan struktur kristal material. Metode difraksi dapat mengidentifikasi senyawa kimia dari struktur kristal sampel. Alat ini bekerja menggunakan prinsip difraksi yang memiliki panjang gelombang lebih besar atau sama dengan ukuran kisi atau celah. Hasil difraksi tersebut akan menghasilkan pola tertentu sesuai dengan hukum yang dikeluarkan oleh Lawrence dan Henry Bragg pada tahun 1915(Leng, 2009)

Sinar karakteristik salah satunya digunakan dalam penelitian mengenai material karena sinar ini memiliki panjang gelombang 1,54 Å yang mana nilai ini setara dengan kisi kristal suatu material. Jika sinar karakteristik dikenakan pada kristal maka memenuhi hukum Bragg (persamaan 2.12), dan karena setiap jenis bahan itu unik maka akan diperoleh pola difraksi yang berbeda-beda antara bahan satu dengan bahan yang lainnya (Cullity, 1978)

$$n\lambda = 2d \sin \theta \dots\dots\dots 2.10$$

dimana: n = orde difraksi, λ = panjang gelombang, d = kisi difraksi dan θ = sudut difraksi.

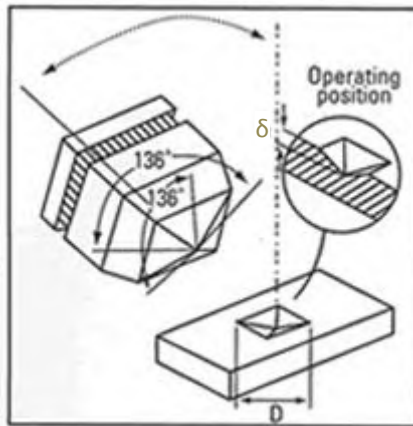
2.6 Uji kekerasan *Vickers*

Kekerasan merupakan ketahanan suatu material terhadap deformasi plastis. Salah satu metode yang dapat dilakukan untuk menguji kekerasan material yaitu dengan uji kekerasan *Vickers*. Angka kekerasan *Vickers* (HV) didefinisikan sebagai hasil bagi (koefisien) dari beban uji (F) dengan luas permukaan bekas luka tekan dari indentor (A) yang dikalikan dengan $\sin(\theta/2)$.

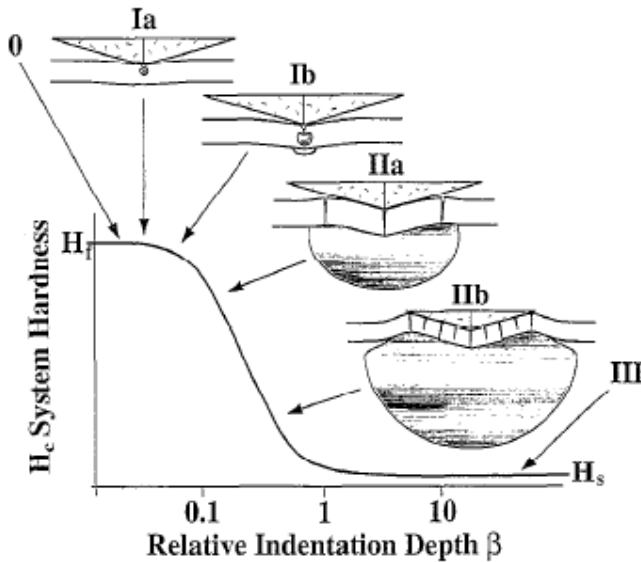
$$HV = \frac{2F \sin(\frac{\theta}{2})}{d^2} \dots\dots\dots 2.11$$

Uji kekerasan *Vickers* ini menggunakan indentor piramida intan yang pada dasarnya berbentuk bujursangkar. Besar sudut antar permukaan-permukaan piramida yang saling berhadapan (θ) yaitu 136° (Dieter and Byrne, 1987). Kedalaman dari penetrasi (δ) adalah $1/7$ dari panjang diagonal rata-rata (d).

$$\delta = \frac{d}{7} \dots\dots\dots 2.12$$



Gambar 2.5 Skema prinsip indentasi dengan metode *Vickers*



Gambar 2.6 Grafik kekerasan terhadap kedalaman indentasi relative beserta urutan kejadian proses indentasi

Daerah 0, daerah respon elastis lapisan dan substrat. Penting dalam sebagian besar aplikasi, tidak memiliki makna dalam hal pengukuran kekerasan dan tidak ditampilkan. Daerah I ditandai dengan deformasi plastis lapisan yang terlokalisasi pada sebuah substrat yang elastis. Dataran lapisan dimana sifat system didominasi oleh sifat intrinsik lapisan dan setiap tekanan membran yang dihasilkan sebelum fraktur lapisan. Dengan menggunakan analisis P-6 kurva, daerah ini telah lebih jauh dibagi menjadi wilayah Ia dan Ib. Daerah IIa dimulai segera setelah luas awal melingkar melalui kegagalan patahan terjadi dan berlanjut hingga fraktur tumbuh menjadi sebuah cincin sempurna. Daerah IIa ditandai dengan dominasi sifat substrat, tetapi untuk kedalaman yang signifikan tetap ada kontribusi dari lapisan sebagaimana dia membengkok, melentur, dan fraktur sekitar sisi indentasi dalam respon terhadap daya dorong elasto-plastik

substrat. Daerah IIb berjalan dari titik di mana cincin sempurna melalui kegagalan fraktur terjadi hingga siklus terulangi untuk jenis fraktur mengurangi kekerasan lapisan sampai hampir sejajar dengan substrat. Daerah III merupakan respon substrat-satunya yang benar dan dimulai ketika lapisan telah mengalami beberapa fraktur, dan kontribusi penyerapan energi dari setiap lenturan, fraktur, dan lipatan lapisan sekitar indentasi sangat kecil dibandingkan dengan penyerapan energy oleh aliran plastis substrat. Grafik pada Gambar 2.5 memenuhi persamaan:

$$H_c = H_s + \frac{H_f - H_s}{1 + k\beta^2} \dots\dots\dots 2.13$$

dengan H_c kekerasan hasil indentasi, H_s kekerasan substrat, H_f kekerasan lapisan, k parameter material tak berdimensi, β kedalaman indentasi relatif. Dimana:

$$\beta = \frac{\delta}{t} \dots\dots\dots 2.14$$

dengan t merupakan ketebalan lapisan(Korsunsky et al., 1998)

BAB III METODOLOGI

3.1 Bahan dan Peralatan

3.1.1 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu grafit, kanji, serbuk ZrO_2 , titanium metalik powder > 98% dan iodine 'sublimated for analysis' yang disuplai dari Merck serta ZO-paint.

3.1.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu tabung reaktor yang terbuat dari stainless steel high chrome S45, 'gloves box' yaitu tempat untuk menyiapkan sampel berupa kotak plastik dan pompa vakum, proses heat treatment dalam tube-furnace dengan atmosfer argon 99,999%, ultrasonic cleaner Branson 1200, mortar, spatula, dan penjepit, heater untuk tempat mengolah lem kanji. Untuk karakterisasi XRD digunakan Bragg-Brentano Pan Analytical X'pert X-Ray, untuk karakterisasi permukaan sampel menggunakan SEM EVO MA 10 Carl Zeiss Microscopy, untuk uji kekerasan Vickers menggunakan perangkat Micro Kekerasan Vickers Mitutoyo HM 211.

3.2 Prosedur Eksperimental

3.2.1 Pembuatan Sampel

Pada tahap ini, grafit dipotong berbentuk balok sebanyak 3 buah dengan dimensi masing-masing $1 \times 1 \times 0,5 \text{ cm}^3$ dan densitas $2,09\text{-}2,23 \text{ g/cm}^3$. Balok grafit diberi nama A, B, dan C. Serbuk titanium ditimbang dengan massa 3,17 gram kemudian ditambahkan yodium sebanyak 4% dari massa titanium. Selanjutnya kanji ditimbang dengan massa 0,5 gram. Kanji dicampurkan ke dalam aquades sebanyak 20 ml lalu dipanaskan dalam heater selama 15 menit agar menjadi lem kanji. ZrO_2 ditimbang sebanyak 1 gram dan ditambahkan ke dalam 10 ml lem kanji kemudian diaduk hingga merata.

3.2.2 Tahapan Eksperimental

Serbuk titanium dan yodium yang telah ditimbang tadi dihaluskan hingga tercampur merata. Selanjutnya campuran ini diletakkan dan ditutup dalam alumunium foil. Tabung reactor dan sampel grafit dibersihkan dengan ultrasonic cleaner selama 15 menit. Kemudian tabung reactor dan sampel grafit dikeluarkan dan dikeringkan di lemari pengering selama 5 menit. Selanjutnya campuran lem kanji dan ZrO_2 dilapiskan secara merata ke permukaan balok grafit A. Untuk permukaan balok grafit B tanpa dilapisi dan untuk permukaan balok grafit C dilapisi dengan lem kanji saja. Setelah persiapan selesai, dimasukkan ketiga balok grafit, campuran serbuk titanium dan yodium, 3 tabung reactor, ZO-paint, penjepit, dan spatula ke dalam gloves box.

Satu lubang di glove box dihubungkan ke tabung gas argon dan satu lubang lainnya dihubungkan ke pompa vakum. Selanjutnya udara dalam gloves box dipompa keluar dengan pompa vakum, diulangi 5 kali. Kemudian dialirkan gas argon ke dalam glove box untuk membuat atmosfir argon dalam glove box, diulangi sebanyak 5 kali untuk meminimalisir adanya oksigen dalam gloves box. Sebelum gas dialirkan ke dalam gloves box, dipastikan terlebih dahulu gloves box tidak mengalami kebocoran. Lalu dimasukkan campuran serbuk titanium dan yodium ke dalam salah satu tabung reactor hingga kira-kira memenuhi $\frac{1}{3}$ tinggi tabung reaktor. Kemudian balok grafit A dimasukkan dan dilanjutkan dengan campuran serbuk titanium dan yodium hingga tabung reactor terisi penuh. Kemudian tabung reactor ditutup rapat dan disegel (sealed) dengan ZO-paint pada penutupnya sehingga menghindari adanya kontak dengan oksigen. Selama tahap persiapan ini, tetap dialirkan gas argon ke dalam gloves box untuk mempertahankan atmosfer argon.

Setelah persiapan dalam gloves box, kemudian dilakukan proses perlakuan panas. Perlakuan panas dilakukan dengan suhu 950°C dalam atmosfer gas argon seperti dalam gloves box. Untuk lebih meyakinkan bahwa tube-furnace bebas dari oksigen, sebelum proses perlakuan panas dimulai, gas argon dialirkan

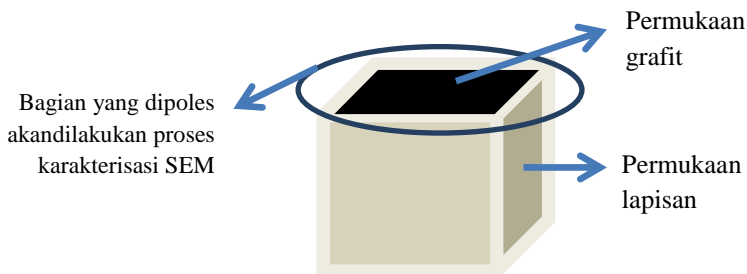
terlebih dahulu ke dalam tube-furnace selama 15 menit. Perlakuan panas ini dilakukan dalam waktu tahan selama 10 jam. Adapun variasi suhu yang dilakukan yaitu 850°C , 900°C , 950°C .

3.3 Metode Karakterisasi

3.3.1 Difraksi Sinar-X

Karakterisasi hasil pelapisan dilakukan menggunakan alat Bragg-Brentano Pan Analytical X'Pert X-Ray dengan radiasi $\text{CuK}\alpha$. Sudut 2θ yang digunakan yaitu dalam rentang 25° - 75° . Pemilihan sudut ini dikarenakan berdasarkan letak puncak difraksi grafit maupun titanium karbida berada pada rentang sudut 2θ sebesar 25° - 75° . Kemudian berdasarkan pola difraksi yang dihasilkan akan dilakukan analisis agar didapat informasi mengenai fasa apa saja yang ada dalam material yang diukur. Identifikasi fasa dilakukan dengan menggunakan software Match!. Selanjutnya juga dilakukan analisis kuantitatif untuk mengetahui parameter kisi dan volume sel dengan metode pencocokan Rietveld menggunakan software Rietica.

3.3.2 Analisis SEM



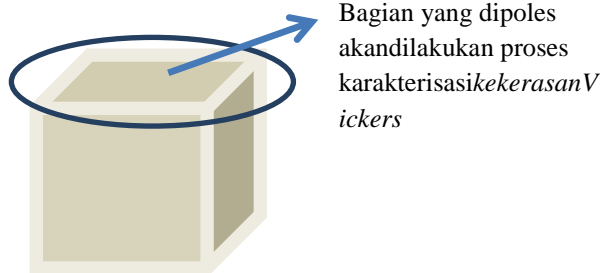
Gambar 3.1 Permukaan yang akan dikarakterisasi SEM

Sebelum dilakukan karakterisasi SEM, sampel terlebih dahulu dipoles seperti pada gambar 3.1. Setelah dipoles, dilakukan pelapisan dengan aluminium untuk menjadikan sifat konduktif

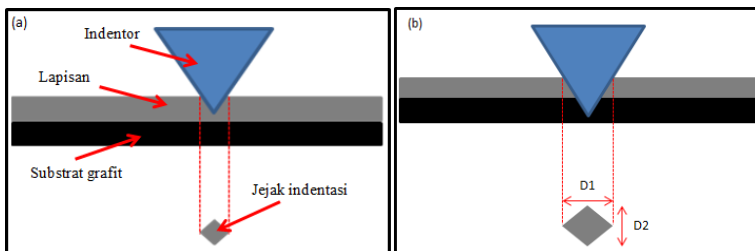
agar dapat teramati saat pengujian SEM. Bagian yang telah dipoles ini yang selanjutnya diamati dengan SEM maupun SEM-EDX

3.3.3 Analisis Kekerasan *Vickers*

Sebelum dilakukan karakterisasi kekerasan *Vickers*, sampel terlebih dahulu dipoles seperti pada gambar 3.3 agar dapat diamati saat pengujian kekerasan *Vickers*. Bagian yang telah dipoles diuji menggunakan perangkat Micro Kekerasan *Vickers* Mitutoyo HM 211 untuk diketahui tingkat kekerasannya.

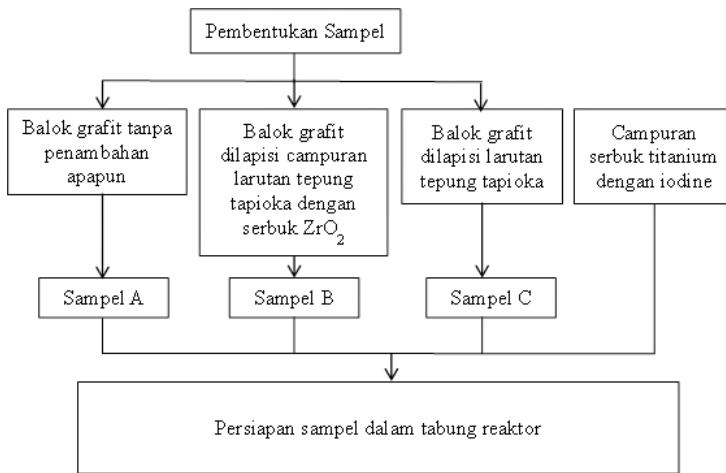


Gambar 3.2 Bagian yang akan dikarakterisasi kekerasan *Vickers*

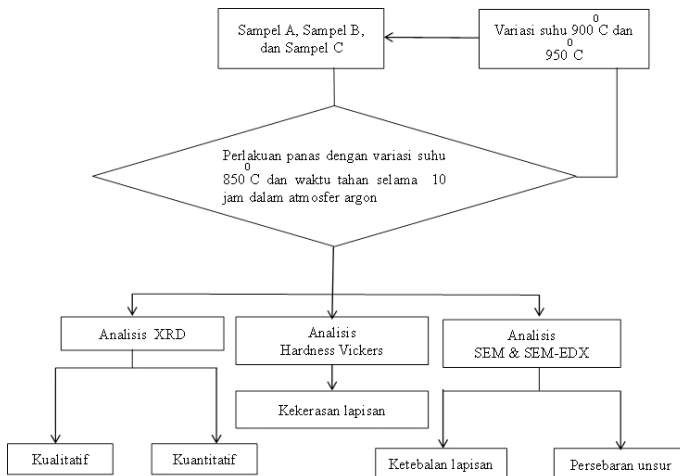


Gambar 3.3 Ilustrasi indentasi (a) pada lapisan; (b) pada lapisan yang menembus ke substrat grafit

Berikut diagram alir penelitian ini.



Gambar 3.4 Diagram alir tahap persiapan sampel



Gambar 3.5 Diagram alir tahap eksperimental

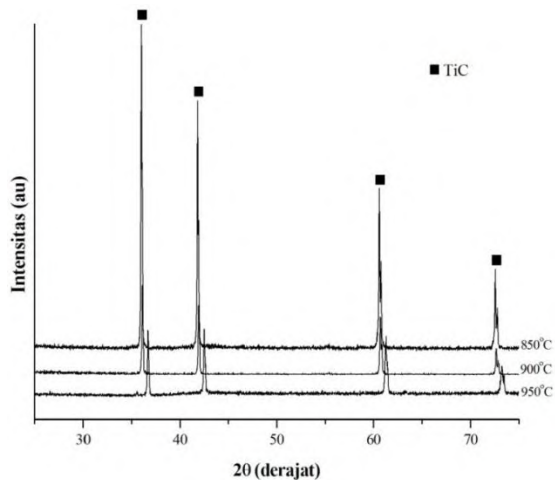
“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BAB IV

ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

4.1 Identifikasi fasa lapisan tanpa penambahan ZrO_2

Penelitian pertama dilakukan untuk sampel A berupa grafit tanpa penambahan apapun sebelum diberi perlakuan panas. Penelitian dilakukan dengan variasi temperatur 850°C , 900°C , dan 950°C . Penelitian dilakukan dengan waktu tahan 10 jam. Hasil pelapisan dilakukan karakterisasi XRD. Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui fasa apa saja yang terbentuk. Identifikasi fasa lapisan yang terbentuk dilakukan dengan menggunakan software Match!2.

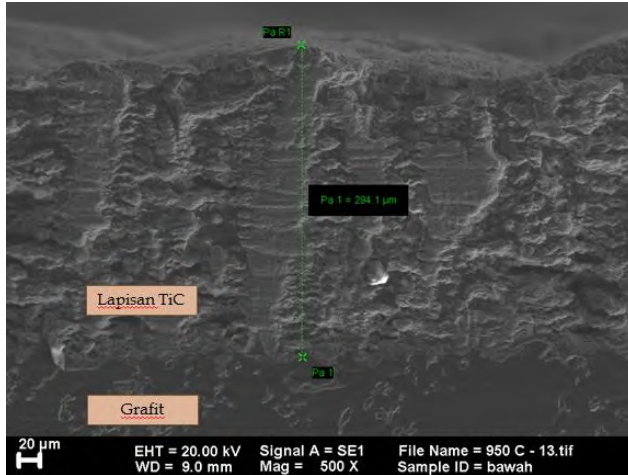


Gambar 4.1 Pola Difraksi Sinar X dan Hasil Identifikasi Fase untuk Sampel A dengan Variasi Temperatur

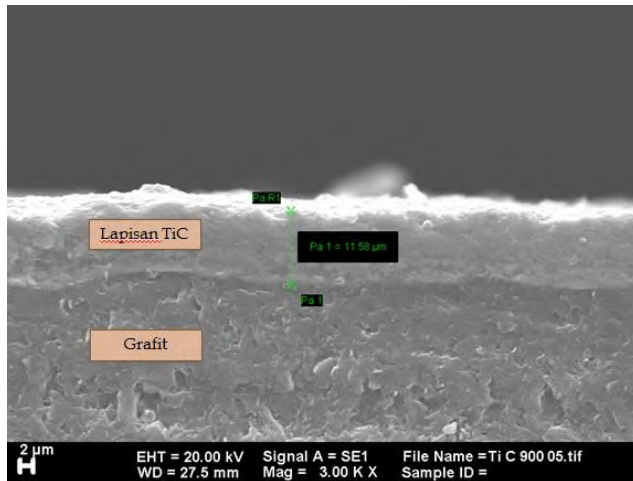
Berdasarkan hasil olah data karakterisasi XRD, diperoleh grafik seperti pada Gambar 4.1. Data tersebut memberikan informasi bahwa lapisan yang terbentuk pada sampel A berupa lapisan TiC untuk semua variasi temperatur (Gambar 4.2). Selain itu, Gambar 4.1 menunjukkan adanya pergeseran posisi sudut 2θ

dari puncak difraksi sinar-X masing-masing dibandingkan posisi stoikiometrinya. Berturut-turut posisi sudut 2θ dari sudut yang paling kecil yaitu sampel yang diproses pada temperatur 850°C , kemudian 900°C , dan sudut yang paling besar yaitu 950°C .

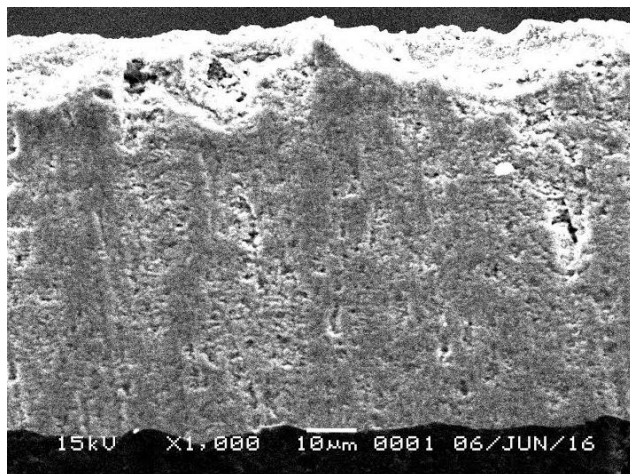
Pergeseran puncak difraksi sinar X ini diduga karena semakin tinggi temperatur maka lapisan yang terbentuk semakin tebal sehingga jarak difusi yang harus dilalui karbon menuju permukaan lapisan semakin besar. Pada kondisi ini lapisan terdiri dari karbida yang terdefisiensi karbon (*a carbon-deficient carbide*) atau dapat dituliskan TiC_{1-x} . Karena kekurangan karbon, lapisan ini memiliki parameter kisi yang lebih kecil daripada senyawa stoikiometrinya. Penelitian tersebut memberikan informasi parameter kisi untuk lapisan TiC yang diproses dengan temperatur 850°C , 900°C , dan 950°C berturut-turut sebesar $4,3160 \text{ \AA}$, $4,3149 \text{ \AA}$, dan $4,3019 \text{ \AA}$. Secara mikroskopis, terbentuknya lapisan TiC dapat dilihat dari hasil karakterisasi SEM seperti pada Gambar 4.2, Gambar 4.3, dan Gambar 4.4.



Gambar 4.2 Hasil SEM Sampel A dengan temperatur 950°C



Gambar 4.3 Hasil SEM Sampel A dengan temperatur 900°C

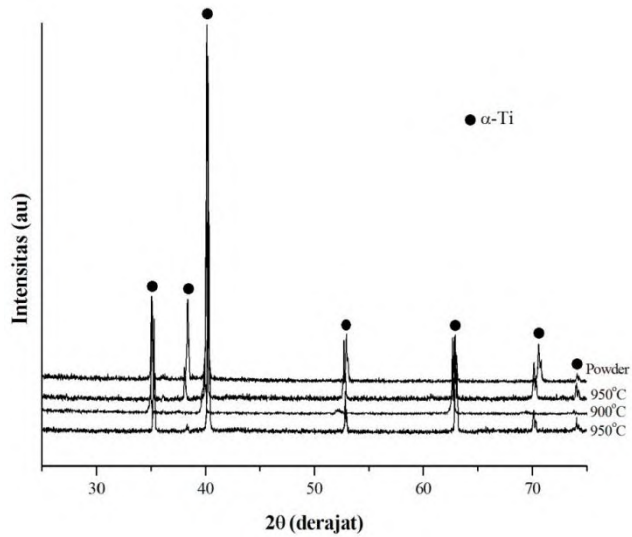


Gambar 4.4 Hasil SEM Sampel A dengan temperatur 850°C

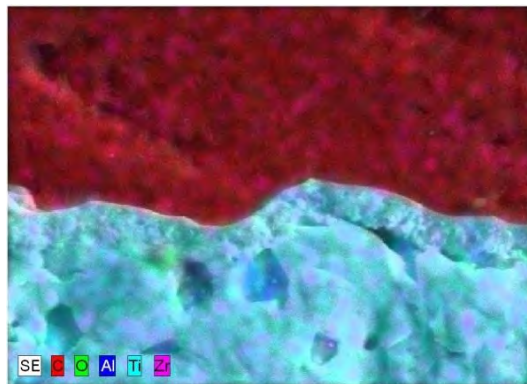
4.2 Identifikasi fasa lapisan dengan penambahan ZrO_2

Pada penelitian kedua dilakukan pada sampel B. Sampel B merupakan grafit yang permukaannya dilapisi secara merata dengan campuran serbuk ZrO_2 dan larutan tepung tapioka. Penelitian dilakukan dengan variasi temperatur 850°C , 900°C , dan 950°C selama 10 jam. Hasil pelapisan dilakukan karakterisasi XRD. Karakterisasi dilakukan untuk mengetahui fasa apa saja yang terbentuk. Identifikasi fasa lapisan yang terbentuk dilakukan dengan menggunakan software Match!2.

Berdasarkan hasil olah data karakterisasi XRD, diperoleh informasi bahwa puncak difraksi sinar X lapisan sampel B mempunyai kecocokan dengan puncak difraksi sinar X serbuk titanium yang digunakan (Gambar 4.3). Kecocokan puncak difraksi sinar X ini mengindikasikan bahwa lapisan ini memiliki kesamaan struktur kristal dengan serbuk titanium yaitu HCP (*Hexagonal Close-Packed*). Tetapi, puncak difraksi sinar-X lapisan ini mengalami pergeseran posisi sudut 2θ lebih kecil daripada serbuk titanium. Sudut 2θ yang paling kecil yaitu sampel yang diproses pada suhu 850°C , kemudian 900°C , dan yang paling besar 950°C . Pergeseran posisi sudut 2θ ini diduga karena parameter kisi lapisan lebih besar daripada parameter kisi serbuk titanium akibat adanya atom Zr yang tersubstitusi ke dalam struktur Ti. Sehingga, lapisan yang terbentuk ini diduga berupa paduan $\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x$. Hasil uji SEM-EDX menunjukkan adanya persebaran atom Zr pada lapisan (Gambar 4.4). Sehingga, memperkuat dugaan bahwa lapisan yang terbentuk merupakan paduan $\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x$.

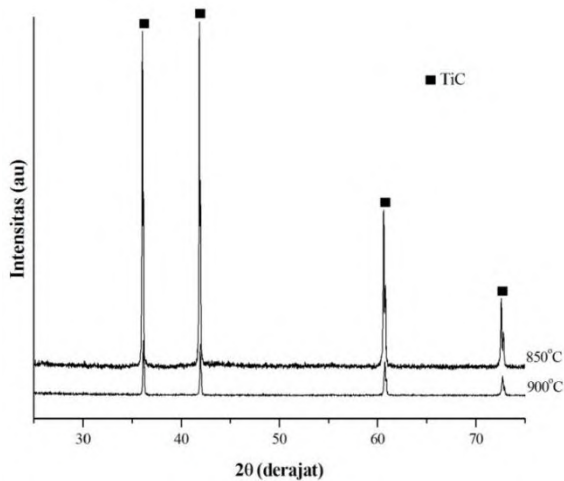


Gambar 4.5 Pola Difraksi Sinar X dan Hasil Identifikasi Fase untuk Sampel B dengan Variasi Temperatur



Gambar 4.6 Hasil SEM-EDX Sampel B dengan Temperatur 950°C.

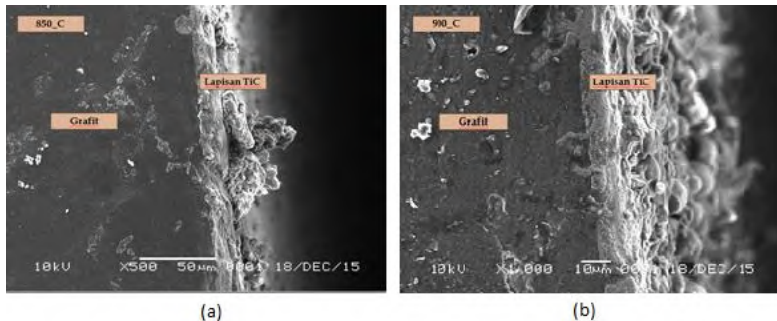
Sejauh ini diduga terdapat pengaruh penambahan larutan tepung tapioka dan serbuk ZrO_2 . Sehingga, selanjutnya dilakukan penelitian ketiga. Penelitian ketiga dilakukan pada sampel C berupa grafit yang permukaannya dilapisi secara merata dengan larutan tepung tapioka. Tujuan dari penelitian ketiga ini untuk mengetahui sejauh mana pengaruh penambahan larutan tepung tapioka pada pembentukan lapisan. Kemudian hasil pelapisan dikarakterisasi XRD. Identifikasi fasa lapisan yang terbentuk menggunakan software Match!2.



Gambar 4.7 Pola Difraksi Sinar X dan Hasil Identifikasi Fase untuk Sampel C dengan Variasi Temperatur.

Berdasarkan penelitian tersebut diperoleh informasi bahwa puncak difraksi sinar X lapisan sampel C ternyata juga terbentuk lapisan TiC. Hasil analisis fasa memperkuat dugaan bahwa lapisan C merupakan fasa TiC. Adanya larutan tepung tapioka yang dilapiskan ke permukaan grafit ternyata tidak memunculkan fasa lain. Sama seperti sampel A pada sampel C terjadi pergeseran puncak lapisan seperti pada Gambar 4.5. Semakin tinggi temperatur, parameter kisi semakin kecil. Secara berurutan

nilai parameter kisi untuk temperatur 850°C dan 900°C sebesar 4.3178 \AA dan 4.3140 \AA . Secara mikroskopis terbentuknya lapisan TiC dapat dilihat dari hasil karakterisasi SEM seperti pada Gambar 4.6.



Gambar 4.8 Hasil SEM Sampel C dengan (a) temperatur 850°C dan (b) 900°C .

4.3 Analisis tingkat kekerasan lapisan

a. Substrat grafit

Penelitian ini menggunakan metode uji kekerasan *Vickers* untuk memperoleh nilai kekerasan masing-masing lapisan yang dihasilkan. Kekerasan merupakan ketahanan bahan terhadap deformasi plastis. Pada mulanya, digunakan variasi beban uji indentasi sebesar 0,5 kgf pada substrat grafit. Dari pengujian ini diperoleh nilai kekerasan grafit sebesar 45 HV. Nilai kekerasan substrat yang digunakan dalam penelien ini sesuai dengan nilai kekerasan grafit yang berada pada rentang 27 HV sampai 61 HV.

b. Lapisan TiC

Kemudian dilakukan pengujian pada lapisan sampel A untuk variasi temperatur 950°C dengan beban uji sebesar 0,5 kgf. Dari pengujian ini diperoleh nilai kekerasan lapisan sebesar 2504 HV. Nilai kekerasan ini mengindikasikan bahwa lapisan yang terbentuk merupakan lapisan TiC sesuai dengan hasil penelitian oleh López dan kawan-kawan pada tahun 2007. Nilai kekerasan

ini membuktikan bahwa lapisan TiC yang terbentuk memiliki nilai kekerasan yang jauh lebih besar dari nilai kekerasan pada grafit, yaitu sekitar 56 kali lipat. Kedalaman indentasi sebesar 2,8031 μm sedangkan ketebalan lapisan rata-rata sebesar 297,3 μm . Kedalaman indentasi ini mengkonfirmasi bahwa nilai kekerasan yang dihasilkan murni hasil dari pengujian pada lapisan TiC yang terbentuk pada sampel A. Adapun nilai kekerasan yang meningkat ini disebabkan karena TiC merupakan bahan keramik yang memiliki ikatan ionik sebagai penyusunnya.

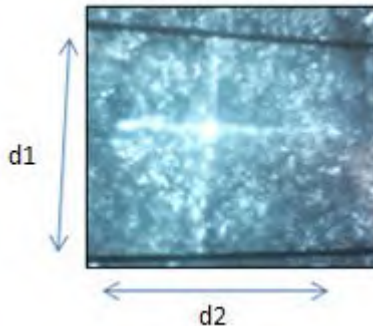
Kemudian dilakukan pengujian kekerasan pada sampel A dengan variasi temperatur 900⁰C. Beban uji yang digunakan yaitu 0,5 kgf. Dari pengujian ini diperoleh nilai kekerasan sebesar 142 HV. Pengujian ini menghasilkan kedalaman indentasi sebesar 12,02 μm . Padahal ketebalan lapisan pada sampel A dengan variasi temperatur 900⁰C ini sebesar 11,58 μm , 13,42 μm , 17,65 μm , dan 8,657 μm . Nilai kekerasan yang dihasilkan dari pengujian ini sangat jauh di bawah nilai standar kekerasan TiC. Hal ini diduga karena indentasi tidak hanya mengenai lapisan, tetapi juga mengenai substrat grafit sehingga nilai kekerasan yang terukur merupakan gabungan dari lapisan dan substrat. Boleh jadi pada saat indentasi terkena pada lapisan yang tebalnya hanya 8,657 μm sampai 11,58 μm . Indentasi yang mengenai substrat ini diduga disebabkan oleh beban uji yang terlalu besar.

Secara fisis, pada saat beban uji mengenai sampel, maka bagian pertama yang terkena beban tersebut yaitu lapisan. Bagian lapisan ini yang akan menerima beban uji. Bagian ini tidak akan mengalami perubahan bentuk fisik selama lapisan mampu menahan tekanan akibat beban uji. Tekanan disini disebabkan oleh hasil bagi beban uji terhadap luas permukaan akibat indentasi. Ketika lapisan tidak mampu menahan, maka lapisan akan mengalami dislokasi yang menyebabkan perubahan bentuk pada lapisan. Jika beban uji dilepaskan dari bahan tetapi perubahan fisis tadi tidak kembali ke bentuk semula, maka lapisan mengalami yang namanya deformasi plastis. Deformasi plastis ini awalnya dapat berupa retakan. Dengan kata lain, bahan

mengalami kerusakan dan ini menimbulkan jejak dengan luasan tertentu yang kemudian dijadikan acuan untuk perhitungan nilai kekerasan yang dihasilkan. Ketika lapisan mengalami retakan, sementara beban uji dengan nilai yang relative terlalu besar masih bekerja, maka indentasi akan terus berlanjut ke substrat grafit. Sama seperti pada lapisan, grafit akan mengalami dislokasi dan mengalami deformasi plastis. Sehingga, pada saat indentasi menembus grafit, maka dihasilkan jejak indentasi yang lebih luas. Kemudian dari penjejakan ini dapat diketahui nilai kekerasan totalnya. Analisis di atas mengindikasikan bahwa beban uji 0,5 kgf dinilai terlalu besar untuk pengujian kekerasan pada lapisan yang sudah terbentuk pada sampel. Maka digunakan beban uji yang lebih kecil, yaitu 0,1 kgf. Pengujian ini menghasilkan nilai kekerasan lapisan pada sampel A dengan variasi temperatur 900°C sebesar 1113 HV.

Selanjutnya, pengujian kekerasan pada sampel C. Sampel C yaitu sampel yang diberi perlakuan panas pada temperatur 900°C. Pengujian kekerasan dilakukan dengan beban uji 0,2 kgf. Hasil pengujian menunjukkan nilai kekerasan sebesar 114 HV. Kedalaman indentasi yang dihasilkan sebesar 8,3 μm . Sedangkan ketebalan lapisan berkisar dari 8,3 μm sampai 8,9 μm . Nilai hasil kekerasan sampel C jauh di bawah nilai kekerasan TiC pada referensi. Perbedaan ini diduga karena indentasi mengenai lapisan dengan ketebalan yang paling tipis. Sehingga, indentasi juga tembus mengenai substrat grafit. Peristiwa ini menyebabkan nilai kekerasan yang dihasilkan merupakan hasil gabungan dari lapisan dengan substrat grafit dimana nilainya di atas kekerasan grafit dan di bawah kekerasan TiC.

Gambar 4.9 menggambarkan contoh kondisi sampel setelah dikenai uji kekerasan *Vickers*.



Gambar 4.9 Bekas indentasi hasil uji kekerasan *Vickers* pada sampel A dengan beban uji 0,5 kgf

Berdasarkan Gambar 4.9 diperoleh data untuk nilai diagonal 1, diagonal 2, dan nilai kekerasan dari sampel A. Data tersebut digunakan untuk menentukan nilai kedalaman indentansi (δ) dan kedalaman indentansi ternormalisasi (β). Kedalaman indentansi dari sampel A dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.12. sedangkan kedalaman indentansi ternormalisasi dari sampel A dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.14. Sampel A memiliki tebal rata-rata lapisan TiC $t = 12,83\mu\text{m}$, diperoleh nilai diagonal 1, $d1 = 56,2\mu\text{m}$, diagonal 2, $d2 = 66,84\mu\text{m}$, dan nilai kekerasan $HV = 244,9\text{ HV}$. Untuk lebih memperjelas proses perhitungan, maka diberikan contoh perhitungan sebagai berikut:

$$d = \frac{(d_1 + d_2)}{2}$$

$$d = \frac{(56,2 \mu\text{m} + 66,84 \mu\text{m})}{2}$$

$$d = 61,52 \mu\text{m}$$

$$d = 61,52 \times 10^{-3} \text{ mm}$$

Dari data diagonal rata-rata d diperoleh nilai δ dan β sebagai berikut.

$$\delta = \frac{d}{7}$$

$$\delta = \frac{61,52 \mu\text{m}}{7}$$

$$\delta = 8,79 \mu\text{m}$$

$$\beta = \frac{\delta}{t}$$

$$\beta = \frac{8,79 \mu\text{m}}{12,83 \mu\text{m}}$$

$$\beta = 0.69$$

Perhitungan nilai kekerasan yang dihasilkan dari uji kekerasan *Vickers* dapat diperoleh dengan menggunakan persamaan 2.11. sebagai berikut:

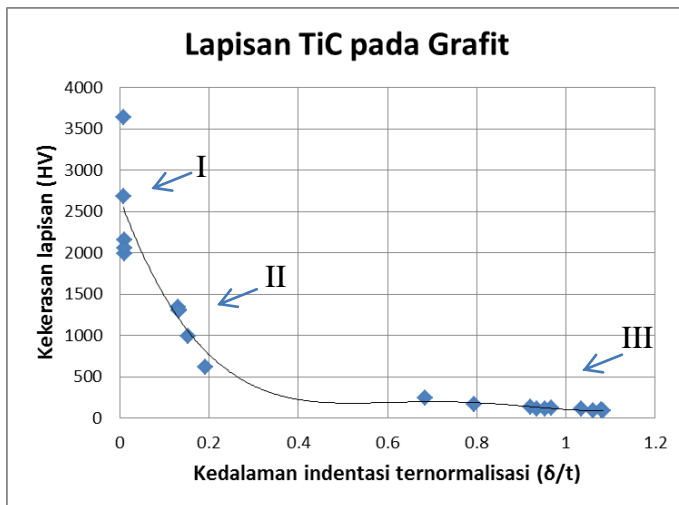
$$Hv = \frac{2F \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}{d^2}$$

$$Hv = \frac{2(0,5) \sin\left(\frac{136}{2}\right) kgf}{(61,52 \times 10^{-3})^2 mm^2}$$

$$Hv = 244,981 \frac{kgf}{mm^2}$$

$$Hv = 244,98 HV$$

Hasil perhitungan yang telah dilakukan dapat diproses lebih lanjut menjadi sebuah grafik. Grafik ini menyatakan hubungan antara kekerasan yang dihasilkan terhadap kedalaman indentasi ternormalisasi seperti pada Gambar 4.8.



Gambar 4.10 Grafik kekerasan lapisan TiC terhadap β

Gambar 4.8 merupakan grafik kekerasan lapisan TiC terhadap kedalaman indentasi ternormalisasi. Grafik ini memenuhi persamaan 2.13 dimana nilai kekerasan hasil indentasi berbanding terbalik dengan kuadrat kedalaman indentasi ternormalisasi. Secara fisis, grafik ini menggambarkan proses yang terjadi pada saat indentasi berlangsung. Daerah I menunjukkan bahwa indentasi hanya mengenai lapisan TiC tanpa menyebabkan perubahan apapun terhadap substrat grafit. Jadi, nilai kekerasan pada titik ini murni milik lapisan TiC. Daerah II menunjukkan nilai kekerasan semakin turun seiring semakin besarnya kedalaman indentasi. Pada mulanya indentasi mengenai lapisan. Kemudian lapisan mengalami mengalami retakan. Retakan ini berlanjut pada pertumbuhan patahan lapisan sehingga mengurangi nilai kekerasan lapisan. Daerah III telah menunjukkan respon substrat grafit. Pada daerah ini lapisan mulai mengalami patahan yang semakin banyak. Penyerapan energi yang mengakibatkan patahan, pelenturan, pembengkokan lapisan jauh lebih kecil daripada penyerapan energi akibat deformasi plastis substrat. Secara praktis, indenter telah menembus masuk ke dalam substrat sehingga akumulasi nilai kekerasan didominasi oleh nilai kekerasan grafit. Penembusan indenter ke substrat ini menyebabkan nilai kekerasan total semakin kecil.

c. Lapisan $Ti_{1-x}Zr_x$

Pengujian terakhir dilakukan pada sampel B dengan variasi temperatur $900^{\circ}C$. Pengujian dilakukan dengan menggunakan beban uji sebesar 0,2 kgf. Dari pengujian ini dihasilkan kedalaman indentasi sebesar $5,89 \mu m$. Sedangkan ketebalan rata-rata lapisan $Ti_{1-x}Zr_x$ sebesar $91 \mu m$ mengindikasikan bahwa indentasi hanya mengenai bagian lapisan saja. Dari pengujian diperoleh nilai kekerasan lapisan sebesar 282 HV. Sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Ho dan kawan-kawan pada tahun 2008 yang menghasilkan nilai kekerasan paduan Ti-Zr sebesar 266 HV (Ti-10Zr) sampai 350 HV (Ti-40Zr). Lapisan $Ti_{1-x}Zr_x$ yang terbentuk dalam penelitian ini memiliki nilai kekerasan 6,63

kali lipat dibanding substrat grafit. Hasil metode refinement Rietveld mengkonfirmasi bahwa penambahan Zr menyebabkan distorsi dalam sel satuan. Ini dikarenakan perbedaan jari-jari atomic Zr ($1,616 \text{ \AA}$) dan Ti ($1,475 \text{ \AA}$), dimana ketika atom Zr masuk sebagai unsur substitusi dalam kisi kristal Ti, dapat menyebabkan peningkatan parameter kisi. Adanya unsur substitusi sepanjang distorsi kisi kristal dapat menyebabkan masalah pada perpindahan atom sehingga mempengaruhi sifat mekanik bahan, termasuk nilai kekerasan bahan.

LAMPIRAN A
Data COD (*Crystallography Open Database*)
Sampel

1. Data COD α -titanium

```
data_9008517
loop_
  _publ_author_name
  'Wyckoff, R. W. G.'
  _publ_section_title
  ;
  Second edition. Interscience Publishers, New
  York, New York
  Hexagonal closest packed, hcp, structure
  ;
  _journal_name_full 'Crystal Structures'
  _journal_page_first 7
  _journal_page_last 83
  _journal_volume 1
  _journal_year 1963
  _chemical_formula_sum Ti
  _chemical_name_common Titanium
  _space_group_IT_number 194
  _symmetry_space_group_name_Hall '-P 6c 2c'
  _symmetry_space_group_name_H-M 'P 63/m m c'
  _cell_angle_alpha 90
  _cell_angle_beta 90
  _cell_angle_gamma 120
  _cell_length_a 2.950
  _cell_length_b 2.950
  _cell_length_c 4.686
  _cell_volume 35.316
  _exptl_crystal_density_diffn 4.503
  _cod_database_code 9008517

Ti 0.33333 0.66667 0.25000
```

2. Data COD titanium karbida

```

data_9008747
loop_
  _publ_author_name
  'Wyckoff, R. W. G.'
  _publ_section_title
;
  Second edition. Interscience Publishers, New
  York, New York
  rocksalt structure
;
  _journal_name_full 'Crystal Structures'
  _journal_volume 1
  _journal_year 1963
  _chemical_formula_structural TiC
  _chemical_formula_sum 'C Ti'
  _space_group_IT_number 225
  _symmetry_space_group_name_Hall '-F 4 2 3'
  _symmetry_space_group_name_H-M 'F m -3 m'
  _cell_angle_alpha 90
  _cell_angle_beta 90
  _cell_angle_gamma 90
  _cell_length_a 4.3186
  _cell_length_b 4.3186
  _cell_length_c 4.3186
  _cell_volume 80.543
  _exptl_crystal_density_diffn 4.939
  _cod_original_sg_symbol_H-M 'F m 3 m'
  _cod_original_formula_sum 'Ti C'
  _cod_database_code 9008747

Ti 0.00000 0.00000 0.00000
C 0.50000 0.50000 0.50000

  _journal_page_first 85
  _journal_page_last 237

```

3. Data COD titanium oksida (*rutile*)

```

COL ICSD Collection Code 64987
DATE Recorded Jun 26, 1998
NAME Titanium oxide
MINR Rutile
FORM Ti O2
= O2 Ti
TITL Electron-density distribution in
rutile crystals
REF Acta Crystallographica B (24,1968-
38,1982)
ACBCA 31 (1975) 1981-1982
AUT Shintani H, SatoŸS, SaitoŸY
CELL a=4.584(0) b=4.584(0) c=2.953(0)
à=90.0 á=90.0 ç=90.0
V=62.1 D=4.26 Z=2
SGR P 42/m n m (136) - tetragonal
CLAS 4/mmm (Hermann-Mauguin) - D4h
(Schoenflies)
PRS tP6
ANX AX2
PARM Atom__No OxStat wyck -----X----- --
---Y-----Z-----SOF-
Ti 1 4.000 2a 0. 0. 0.
O 1 -2.000 4f 0.30493(7) 0.30493(7) 0.
WYCK f a
Ÿ
TF Atom U(1,1) U(2,2) U(3,3) U(1,2)
U(1,3) U(2,3)
Ti 1 0.0070 0.0070 0.0047 -0.0002 0.0000
0.0000
(0) (0) (0) (0)
O 1 0.0060 0.0060 0.0045 -0.0019 0.0000
0.0000

```

```

COL ICSD Collection Code 85495
DATE Recorded Jun 2, 1999
NAME Titanium oxide
MINR Rutile - synthetic
MINR Rutile group
FORM Ti O2
= O2 Ti
TITL Single crystal x-ray diffraction
study on the bond compressibility
of fayalite, Fe2 Si O4 and rutile, Ti O2
under high pressure
REF Physica B and C (Netherland) (79,1975-
151,1987)
PHBCD 139 (1986) 333-336
AUT Kudoh Y, Takeda Y
CELL a=4.517(2) b=4.517(2) c=2.940(3)
a=90.0 a=90.0 c=90.0
V=60.0 Z=2
SGR P 42/m n m (136) - tetragonal
CLAS 4/mmm (Hermann-Mauguin) - D4h
(Schoenflies)
PRS tP6
ANX AX2
PARM Atom__No OxStat Wyck -----X-----
-Y-----Z-----SOF-
Ti 1 4.000 2a 0. 0. 0.
O 1 -2.000 4f 0.3076(42) 0.3076(42) 0.
WYCK f a
ITF Ti 1 B=0.07(13)
ITF O 1 B=0.77(47)
REM PRE 8600

```

LAMPIRAN B

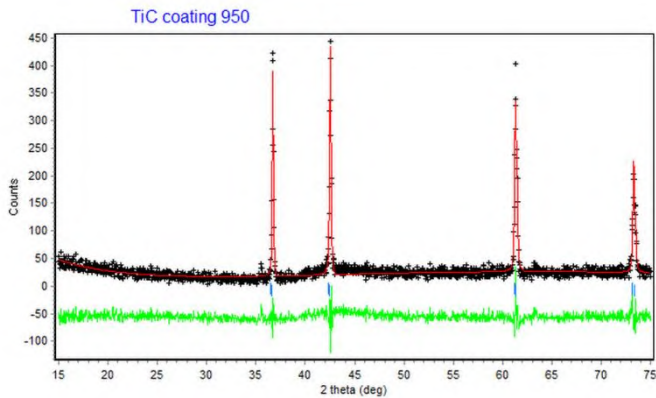
Hasil Analisis *Refinement* Rietveld dengan Rietica

Sampel : A_950
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.301868 \pm 0.000348$
 $b = 4.301868 \pm 0.000348$
 $c = 4.301868 \pm 0.000348$
Volume sel (\AA^3) : 79.610687 ± 0.011157

Parameter Kecocokan

GOF = $0.1383\text{E}+01$
Rp = 18.28
Rwp = 17.59
R-Bragg Factor = 0.02

Plotting grafik

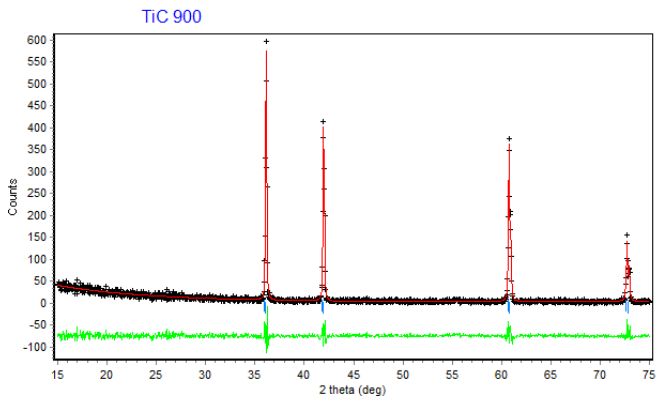


Sampel : A_900
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.314898 \pm 0.000195$
 $b = 4.314898 \pm 0.000195$
 $c = 4.314898 \pm 0.000195$
Volume sel (\AA^3) : 80.336288 ± 0.006291

Parameter Kecocokan

GOF = $0.2464\text{E-}01$
Rp = 19.87
Rwp = 14.02
R-Bragg Factor = 0.23

Plotting grafik

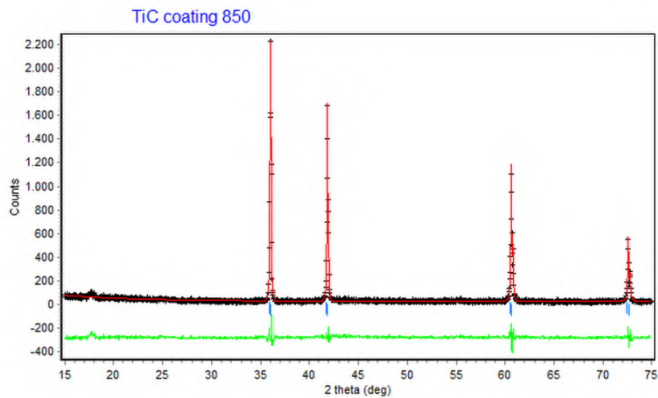


Sampel : A_850
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.315960 \pm 0.000089$
 $b = 4.315960 \pm 0.000089$
 $c = 4.315960 \pm 0.000089$
Volume sel (\AA^3) : 80.395584 ± 0.002885

Parameter Kecocokan

GOF = $0.1184\text{E}+00$
Rp = 13.52
Rwp = 10.03
R-Bragg Factor = 0.02

Plotting grafik

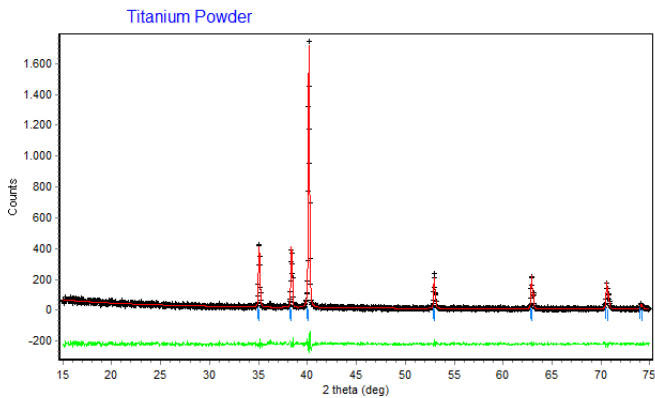


Sampel : Serbuk titanium awal
Metode : Le Bail
Fase : α -Ti
Struktur : HCP (*Hexagonal Close-Packed*)
Parameter kisi (\AA) : $a = 2.950619 \pm 0.000353$
 $b = 2.950619 \pm 0.000353$
 $c = 4.685490 \pm 0.000560$
Volume sel (\AA^3) : 35.327415 ± 0.007318

Parameter Kecocokan

GOF = $0.5237\text{E-}01$
Rp = 14.07
Rwp = 9.45
R-Bragg Factor = 0.72

Plotting grafik

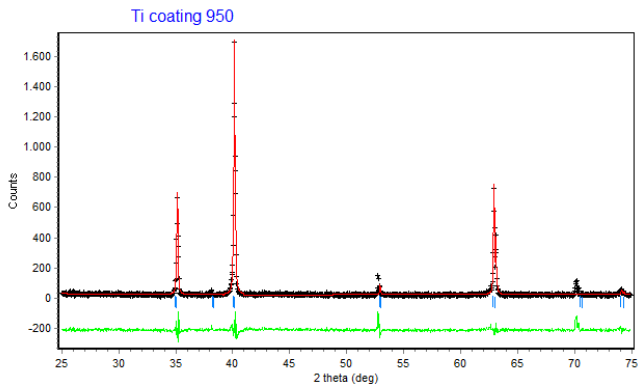


Sampel : B_950
Metode : Le Bail
Fase : Paduan Ti-Zr
Struktur : HCP (*Hexagonal Close-Packed*)
Parameter kisi (Å) : $a = 2.951514 \pm 0.000099$
 $b = 2.951514 \pm 0.000099$
 $c = 4.689489 \pm 0.000389$
Volume sel (Å³) : 35.379025 ± 0.003380

Parameter Kecocokan

GOF = $0.7002E-01$
Rp = 17.18
Rwp = 11.83
R-Bragg Factor = 0.00

Plotting grafik

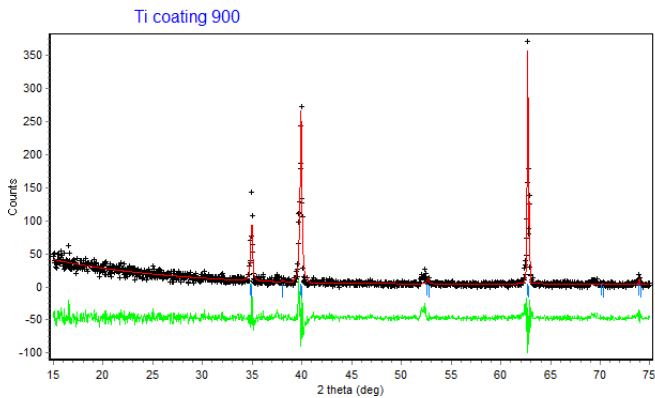


Sampel : B_900
Metode : Le Bail
Fase : Paduan Ti-Zr
Struktur : HCP (*Hexagonal Close-Packed*)
Parameter kisi (Å) : $a = 2.954015 \pm 0.000371$
 $b = 2.954015 \pm 0.000371$
 $c = 4.704279 \pm 0.002199$
Volume sel (Å³) = 35.550781 ± 0.017779

Parameter Kecocokan

GOF = $0.3156\text{E-}01$
Rp = 24.15
Rwp = 20.91
R-Bragg Factor = 1.24

Plotting grafik

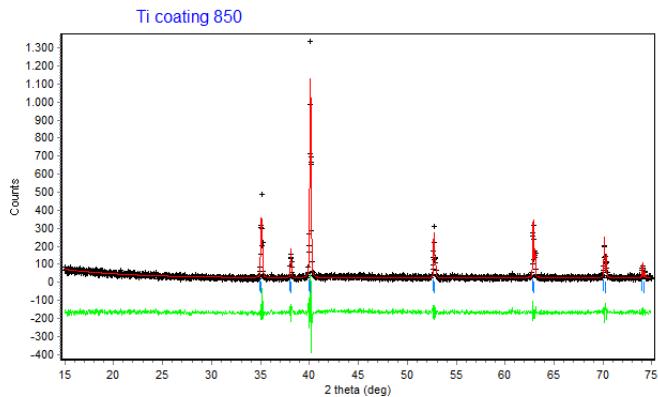


Sampel : B_850
Metode : Le Bail
Fase : Paduan Ti-Zr
Struktur : HCP (*Hexagonal Close-Packed*)
Parameter kisi (Å) : $a = 2.956109 \pm 0.000207$
 $b = 2.956109 \pm 0.000207$
 $c = 4.725064 \pm 0.000339$
Volume sel (Å³) = 35.758484±0.004370

Parameter Kecocokan

GOF = 0.1150E+00
Rp = 16.34
Rwp = 17.26
R-Bragg Factor = 0.17

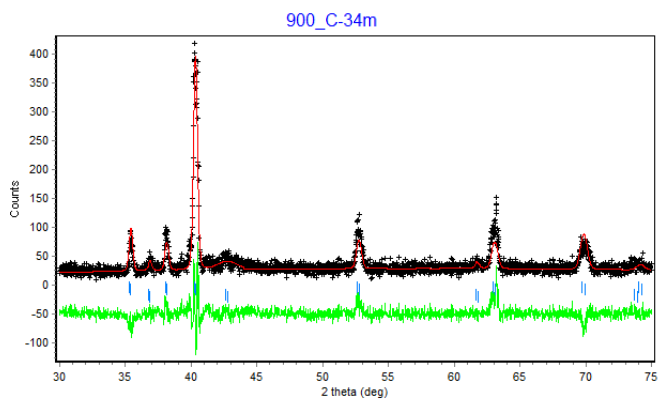
Plotting grafik



Sampel	: B_ 900 – 34 m
Metode	: Le Bail
Fase 1	: Paduan Ti-Zr
Struktur	: HCP (<i>Hexagonal Close-Packed</i>)
Parameter kisi (Å)	: a = 2.966626 ± 0.001451 b = 2.966626 ± 0.001451 c = 4.772768 ± 0.002552
Volume sel (Å³)	: 36.376961±0.031799
Fase 2	: TiC
Struktur	: <i>Rocksalt</i>
Parameter kisi (Å)	: a = 4.286878 ± 0.002310 b = 4.286878 ± 0.002310 c = 4.286878 ± 0.002310
Volume sel (Å³)	: 78.781349±0.073540

Parameter Kecocokan

GOF	= 0.5847E-01
Rp	= 16.03
Rwp	= 16.96
R-Bragg Factor 1	= 0.21
R-Bragg Factor 2	= 0.25

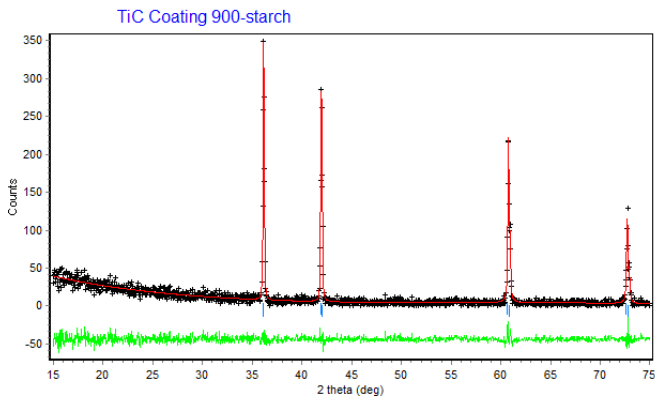


Sampel : C_900
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.313989 \pm 0.001346$
 $b = 4.313989 \pm 0.001346$
 $c = 4.313989 \pm 0.001346$
Volume sel (\AA^3) : 80.285477 ± 0.043389

Parameter Kecocokan

GOF = $0.2147\text{E-}01$
Rp = 19.89
Rwp = 16.46
R-Bragg Factor = 0.01

Plotting grafik

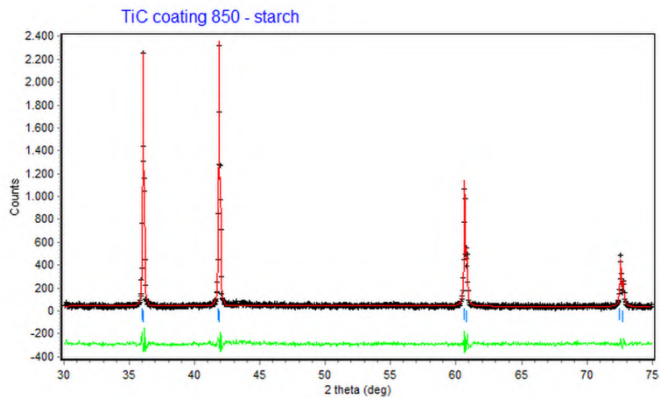


Sampel : C_850
Metode : Le Bail
Fase : TiC
Struktur : *Rocksalt*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.317466 \pm 0.000256$
 $b = 4.317466 \pm 0.000256$
 $c = 4.317466 \pm 0.000256$
Volume sel (\AA^3) : 80.479797 ± 0.008275

Parameter Kecocokan

GOF = $0.1257\text{E}+00$
Rp = 11.90
Rwp = 9.38
R-Bragg Factor = 0.04

Plotting grafik

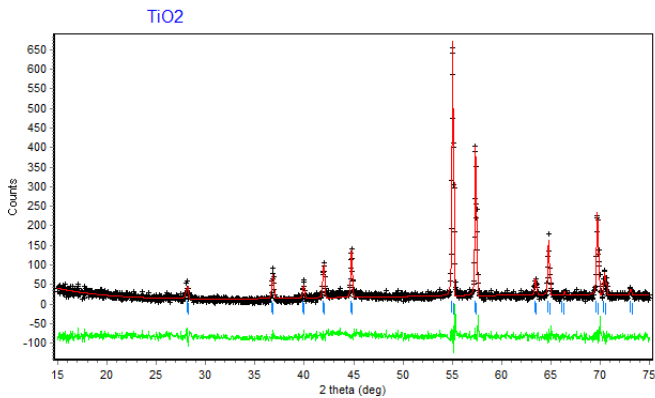


Sampel : Oksidasi Sampel A
Metode : Le Bail
Fase : TiO_2
Struktur : *Rutile*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.593438 \pm 0.000477$
 $b = 4.593438 \pm 0.000477$
 $c = 2.960508 \pm 0.000390$
Volume sel (\AA^3) : 62.465733 ± 0.012316

Parameter Kecocokan

GOF = $0.3604\text{E-}01$
Rp = 17.85
Rwp = 17.57
R-Bragg Factor = 0.01

Plotting grafik

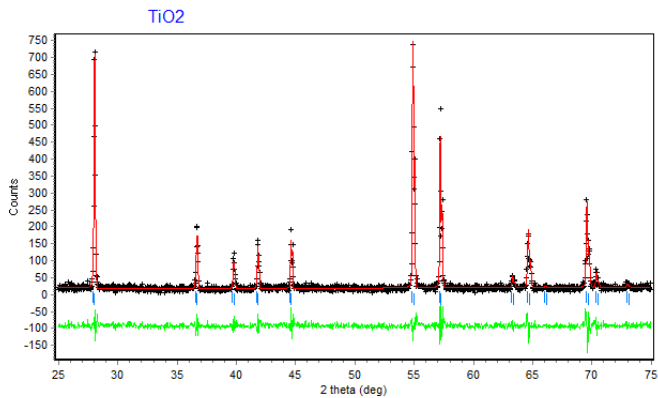


Sampel : Oksidasi Sampel B
Metode : Le Bail
Fase : TiO_2
Struktur : *Rutile*
Parameter kisi (\AA) : $a = 4.586109 \pm 0.000206$
 $b = 4.586109 \pm 0.000206$
 $c = 2.954329 \pm 0.000153$
Volume sel (\AA^3) : 62.136612 ± 0.005099

Parameter Kecocokan

GOF = $0.3539\text{E}-01$
Rp = 17.74
Rwp = 11.82
R-Bragg Factor = 0.14

Plotting grafik



LAMPIRAN C
DATA HASIL PENGUJIAN KEKERASAN

a. KekerasanSubstratGrafit (bebanuji 0,5 kgf)

Titik ke	X	Y	HV	GPa
1	0,011	0	39,3	0,3854
2	3.013	0	46,3	0,4511
3	0	0	58,9	0,4541
4	1,584	0,054	34,2	0,3354
5	3,46	-1,938	47	0,4609
Average			45,14	0,41738
SD			8,341846	0,04924

b. KekerasanSampel A (Temperatur 950⁰C,
bebanuji 0,5 kgf)

Titik	X	Y	HV	GPa
1	0	0	2156	21,14
2	0,274	-1,727	1994	19,56
3	0,096	-4,164	2680	26,28
4	0,736	-4,542	3634	35,64
5	2,462	-3,71	2058	20,18
Average			2504,4	24,56
SD			614,4909	6,026701

c. Kekerasan Sampel A (Temperatur 900⁰C, beban uji 0,5 kgf)

Titik	X	Y	HV	GPa
1	0	0	98,9	0,961
2	-2,315	-1,505	136	1,334
3	-2,37	3,081	122,7	1,203
4	3,614	4,674	107,7	1,056
5	3,899	-0,833	244,9	2,402
Average			142,04	1,3912
SD			52,97356	0,521122

d. Kekerasan Sampel A (Temperatur 900⁰C, beban uji 0,1kgf)

Titik	X	Y	HV	GPa
1	0	0	619,6	6,076
2	5,173	0,132	990,2	9,711
3	2,496	-2,239	1311	12,86
4	-0,39	-5,353	1342	13,16
5	5,657	-5,42	1302	12,77
Average			1112,96	10,9154
SD			277,8091	2,725055

**e. KekerasanSampel B(Temperatur 900⁰C,
bebanuji 0,2kgf)**

Titik	X	Y	HV	GPa
1	-99,999	2,014	283,4	2,779
2	-99,999	-1,,498	266,5	2,614
3	-99,999	-1,487	384,8	3,774
4	-99,999	-1,589	250,8	2,46
5	-99,999	-3,146	226,4	2,22
Average			282,4	2,769
SD			60,97976714	0,598128581

**f. KekerasanSampelC (Temperatur
900⁰C,bebanuji 0,2 kgf)**

Titik	X	Y	HV	GPa
1	-99,999	2,654	90,8	0,890476
2	-99,999	2,740	117,1	1,1484
3	-99,999	2,678	112,8	1,10623
4	-99,999	4,591	162,3	1,591676
5	-99,999	1,607	87,3	0,856151
Average			114,06	1,118586
SD			29,97937624	0,294007651

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Penambahan ZrO_2 pada pelapisan grafit dengan serbuk titanium melalui metode PIRAC menghasilkan lapisan paduan $\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x$, sedangkan tanpa penambahan ZrO_2 menghasilkan lapisan TiC
2. Lapisan TiC yang dihasilkan dari penelitian ini memiliki kekerasan yang lebih besar dari lapisan paduan $\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x$ yang terbentuk dalam penelitian ini. Masing-masing lapisan memiliki kekerasan lebih tinggi dari grafit yang digunakan. Grafit yang digunakan memiliki kekerasan 45 HV. Lapisan TiC yang terbentuk memiliki kekerasan rata-rata sebesar 2504 HV. Lapisan $\text{Ti}_{1-x}\text{Zr}_x$ yang terbentuk memiliki kekerasan rata-rata sebesar 282 HV.

5.2 Saran

Hal yang perlu diperhatikan dalam penelitian selanjutnya, yaitu:

1. Penambahan variasi beban uji dalam proses uji kekerasan *Vickers* untuk validasi data yang lebih akurat.
2. Penambahan campuran serbuk ZrO_2 dan larutan tepung tapioka sebisa mungkin dilapiskan secara merata pada permukaan grafit.

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

DAFTAR PUSTAKA

- Becker, P., Glenk, F., Kormann, M., Popovska, N., Etzold, B.J.M., 2010. *Chlorination of titanium carbide for the processing of nanoporous carbon: A kinetic study*. Chem. Eng. J. 159, 236–241. doi:10.1016/j.cej.2010.02.011
- Chiang, Y.-M., Birnie, D.P., Kingery, W.D., 1996. *Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering*. Wiley.
- Cullity, B.D., 1978. *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company.
- Dieter, J.W., Byrne, C.A., 1987. *Aliphatic polyurethane elastomers with high performance properties*. Polym. Eng. Sci. 27, 673–683. doi:10.1002/pen.760270912
- Gutmanas, E.Y., Gotman, I., Kaysser, W., 1992. *Coating of non-oxide ceramics by interaction with metal powders*. Mater. Sci. Eng. A 157, 233–241. doi:10.1016/0921-5093(92)90030-5
- Korsunsky, A.M., McGurk, M.R., Bull, S.J., Page, T.F., 1998. *On the hardness of coated systems*. Surf. Coat. Technol. 99, 171–183. doi:10.1016/S0257-8972(97)00522-7
- Lauridsen, J., 2011. *TiC-based nanocomposite coatings as electrical contacts*.
- Leng, Y., 2009. *Materials Characterization: Introduction to Microscopic and Spectroscopic Methods*. John Wiley & Sons.
- Pierson, H.O., 1996. *Handbook of Refractory Carbides & Nitrides: Properties, Characteristics, Processing and Apps*. William Andrew.
- Yin, X., Gotman, I., Klinger, L., Gutmanas, E.Y., 2005. *Formation of titanium carbide on graphite via powder immersion reaction assisted coating*. Mater. Sci. Eng. A 396, 107–114. doi:10.1016/j.msea.2005.01.011

“Halaman ini sengaja dikosongkan”

BIODATA PENULIS



Nur Muhaimin. Lahir di Probolinggo, 28 Desember 1993, anak pertama dari dua bersaudara dari pasangan Sutadji dan Sulami Nurhayati. Penulis menempuh pendidikan formal di TK Tunas Bhakti (1999-2000), SDN MranggonLawang 1 (2000-2006), SMPN 3 Probolinggo (2006-2009), SMAN 1 Probolinggo (2009-2012) kemudian penulis diterima di Perguruan Tinggi ITS jurusan Fisika melalui jalur SNMPTN Undangan. Penulis aktif dalam Himpunan Mahasiswa Fisika ITS (HIMASIKA ITS) menjabat sebagai staf Departemen Riset dan Teknologi (2013-2014). Penulis juga aktif dalam Forum Studi Islam Fisika ITS sebagai ketua Departemen Ukhuwah dan Usaha (2014-2015). Penulis merupakan asisten laboratorium Fisika Dasar (2014-2015) dan asisten dosen mata kuliah fisika dasar (2014-2015). Penulis mengharapkan kritik dan saran mengenai tugas akhir ini melalui email nurmuhaimin97@gmail.com.